

Работа выполнена в рамках ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России»(з/к № П2264 от 13.11.2009).

РАЗРАБОТКА ЭФФЕКТИВНЫХ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ СИСТЕМ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СИНТЕТИЧЕСКИХ КРАСИТЕЛЕЙ В ВОДНЫХ СРЕДАХ

Титова Н.Н., Санникова Н.Ю., Суханов П.Т., Коренман Я.И.

Воронежский государственный университет инженерных технологий
394036, г. Воронеж, пр. Революции, д. 19

Задача исследования состоит в разработке способа идентификации синтетических красителей (Е102, Е110, Е122, Е124) в водных средах методом хроматографии в тонком слое. Повышение чувствительности определения достигается применением экстракционного концентрирования красителей из водных сред. Установлено, что практически полное извлечение красителей достигается применением в качестве экстрагентов ацетона, 1,4-диоксана и изопропилового спирта, при этом степень извлечения превышает 90 %

Экстракт анализировали методом восходящей хроматографии в тонком слое на пластинах «Sorbfil». Выбор элюента обусловлен природой сорбента и сорбатов. Силикагель – полярный неорганический сорбент, поверхность которого содержит силанольные и силоксановые группы. Силоксановые группы характеризуются протоноакцепторными свойствами, силанольные группы действуют как доноры протонов и слабокислотные ионообменники. Дипольные свойства сорбента зависят от основной структуры силикагеля. Наличие липофильного внешнего слоя сорбента на пластине обуславливает применение гидрофильных растворителей или водных растворов в качестве подвижной фазы.

Красители – высокогидрофильные соединения, поэтому подвижная фаза должна содержать воду (как основной компонент) и, при необходимости, гидрофильный растворитель. Нами изучены тройные смеси на основе н.бутилового, изобутилового, изопропилового и этилового спиртов, ацетона и воды. Установлено, что наиболее селективными системами для разделения синтетических пищевых красителей являются смеси: изобутиловый (н.бутиловый) спирт – ацетон – вода; изобутиловый (н.бутиловый) спирт – этиловый спирт – вода.

При замене воды в составе подвижной фазы раствором гидроксида калия с концентрацией 0,1 моль/дм³ получают

хроматограммы с более четкими пятнами в области концентраций аналитов $10^{-5} - 10^{-6}$ моль/дм³ вследствие увеличения гидрофильности неподвижной фазы. Оптимальный состав подвижной фазы изобутиловый спирт – ацетон – 0,1 моль/дм³ раствор КОН в объемном соотношении 0,5 : 0,2 : 0,3 обеспечивает полное разделение красителей. Коэффициенты подвижности (R_f) красителей увеличиваются в следующем ряду: E102 < E124 < E110 < E122.

Минимальным значением R_f отличается наиболее растворимый в воде краситель E102. Краситель E122 характеризуется наименьшей растворимостью в воде и максимальным коэффициентом подвижности.

Одним из способов повышения скорости хроматографического разделения красителей и, соответственно, сокращения продолжительности анализа является хроматография с закрытым слоем сорбента. Для обеспечения равномерного экранирования слоя сорбента от воздушной среды применяли систему из двух материалов – стекла и полиэтилена.

Модификация поверхности сорбента растворами гидрофильных полимеров уменьшает размывание пятен красителей. Одним из наиболее эффективных модификаторов является 2 %-ный раствор поли-N-винилпирролидона (ПВП-10000). Полимер удерживает красители в слое сорбента, исключая их быстрое перемещение вместе с подвижной фазой. При этом пятна красителей имеют правильную (круглую) форму и селективно распределяются на хроматограмме.

Анализ концентратов красителей при хроматографическом разделении в закрытом слое сорбента имеет ряд преимуществ: нет необходимости насыщать парами растворителей газовую фазу хроматографической камеры, время анализа уменьшается с 40 до 20 мин.

ДИАСОРБ-250-АМИН КАК ПЕРСПЕКТИВНЫЙ СОРБЕНТ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИОНОВ Cu(II)

Колташева А.В., Маслакова Т.И., Первова И.Г., Липунов И.Н.

Уральский государственный лесотехнический университет
620100, г. Екатеринбург, Сибирский тракт, д. 37

В настоящее время для детектирования меди(II) наиболее перспективными являются сорбционно-аналитические методы: концентрирование токсикантов на поверхность силикагелей с иммобилизованными органическими реагентами либо сорбция предварительно сформированных внутрикомплексных соединений (ВКС) в растворе на немодифицированный силикагель. Варьирование